

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-362998

(43)Date of publication of application : 18.12.2002

(51)Int.Cl.

C30B 29/36
H01L 21/205

(21)Application number : 2001-171587

(71)Applicant : TOYOTA CENTRAL RES & DEV LAB INC
DENSO CORP

(22)Date of filing : 06.06.2001

(72)Inventor : SUGIYAMA NAOHIRO
NAKAMURA DAISUKE
ONDA SHOICHI
MATSUI MASAKI

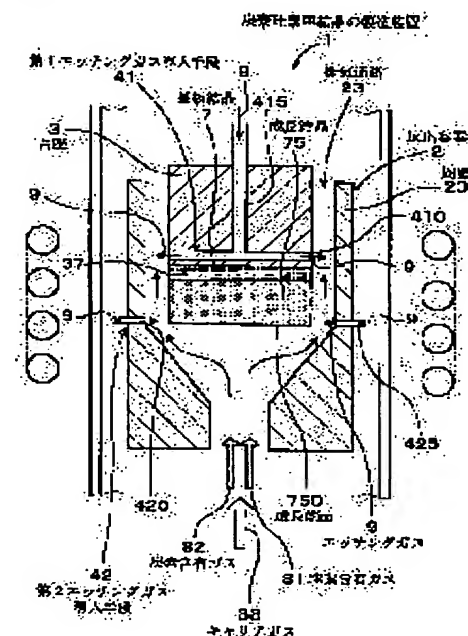
(54) METHOD AND DEVICE FOR PRODUCING SILICON CARBIDE SINGLE CRYSTAL

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method and a device for producing a silicon carbide single crystal, by which deposition of the silicon carbide single crystal at inappropriate places other than the growth end surface of the growing crystal can be suppressed, and the growth of the growing crystal for a long time is possible, and a manufacturing device for the silicon carbide single crystal.

SOLUTION: A pedestal 3 for supporting a substrate crystal 7 formed from a silicon carbide single crystal is placed in a reaction vessel 2 having a cylindrical peripheral wall 20. The silicon carbide single crystal is grown on the substrate crystal 7 by supplying a silicon containing gas 81, a carbon containing gas 82 and a carrier gas 83 toward the substrate crystal 7 supported by the pedestal 3, and at the same time, the excess silicon containing gas 81, the excess carbon containing gas 82 and the excess carrier gas 83 are discharged through between the pedestal 3 and the peripheral wall 20. An etching gas of etching silicon carbide is introduced to the neighborhood of the periphery of the interface 37 of the substrate crystal 7 and the pedestal 3 and the neighborhood of the periphery of growing end surface 750 of growing crystal 75 of the silicon carbide single crystal grown on the substrate crystal 7.

(図1)



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開 2002-362998

(P 2002-362998A)

(43) 公開日 平成14年12月18日 (2002.12.18)

(51) Int. Cl.⁷

識別記号

F I

テ-マコ-ト (参考)

C 3 0 B 29/36

C 3 0 B 29/36

A 4G077

H 0 1 L 21/205

H 0 1 L 21/205

5F045

審査請求 未請求 請求項の数 7

O L

(全 6 頁)

(21) 出願番号 特願2001-171587 (P2001-171587)

(22) 出願日 平成13年6月6日 (2001.6.6)

(71) 出願人 000003609

株式会社豊田中央研究所

愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道41番地の1

(71) 出願人 000004260

株式会社デンソー

愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地

(72) 発明者 杉山 尚宏

愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道41番地の1 株式会社豊田中央研究所内

(74) 代理人 100079142

弁理士 高橋 祥泰 (外1名)

最終頁に続く

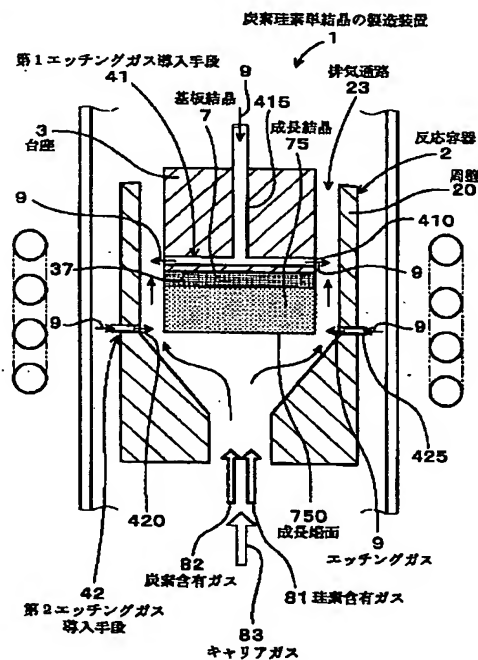
(54) 【発明の名称】 炭化珪素単結晶の製造方法及び製造装置

(57) 【要約】

【課題】 成長結晶の成長端面以外の不要な箇所での炭化珪素単結晶の堆積を抑制することができ、成長結晶の長時間にわたる成長が可能な炭化珪素単結晶の製造方法及び製造装置を提供すること。

【解決手段】 筒状の周壁 20 を有する反応容器 2 内に、炭化珪素単結晶よりなる基板結晶 7 を支持する台座 3 を配置し、台座 3 に支持された基板結晶 7 に向けて珪素含有ガス 81 と炭素含有ガス 82 及びキャリアガス 83 を供給して基板結晶 7 上において炭化珪素単結晶を成長させると共に、台座 3 と周壁 20 の間を通過して余剰の珪素含有ガス 81 及び炭素含有ガス 82 及びキャリアガス 83 を排出する。基板結晶 7 と台座 3 との境界面 37 の外周近傍と、基板結晶 7 上において成長した炭化珪素単結晶である成長結晶 75 の成長端面 750 の外周近傍に、炭化珪素をエッチングする効果のあるエッチングガス 9 を導入する。

(図 1)



【特許請求の範囲】

【請求項1】 筒状の周壁を有する反応容器内に、炭化珪素単結晶よりなる基板結晶を支持する台座を配置し、該台座に支持された上記基板結晶に向けて珪素を含有する珪素含有ガスと炭素を含有する炭素含有ガスを供給して上記基板結晶上において炭化珪素単結晶を成長させると共に、上記台座と上記周壁の間を通過して余剰の上記珪素含有ガス及び上記炭素含有ガスを排出する炭化珪素単結晶の製造方法において、上記基板結晶と上記台座との境界面の外周近傍と、上記基板結晶上において成長した炭化珪素単結晶である成長結晶の成長端面の外周近傍に、炭化珪素をエッチングする効果のあるエッチングガスを導入することを特徴とする炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項2】 請求項1において、上記基板結晶と上記台座との境界面の外周近傍においては、上記台座の内部から外部へ向けて上記エッチングガスを吐出することにより導入することを特徴とする炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項3】 請求項1又は2において、上記成長結晶の端面の外周近傍においては、上記周壁から内方へ向けて上記エッチングガスを吐出することにより導入することを特徴とする炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項4】 請求項1～3のいずれか1項において、上記エッチングガスは、水素、ハロゲンガス、ハロゲン化水素のうち1種もしくは複数のガスを含有する混合ガスであることを特徴とする炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項5】 筒状の周壁を有する反応容器と、該反応容器内に配置された、炭化珪素単結晶よりなる基板結晶を支持する台座と、該台座に支持された上記基板結晶に向けて珪素を含有する珪素含有ガスと炭素を含有する炭素含有ガスを供給する反応ガス供給手段と、上記台座と上記周壁の間を通過して余剰の上記珪素含有ガス及び上記炭素含有ガスを排出する排気通路とを有する炭化珪素単結晶の製造装置において、上記基板結晶と上記台座との境界面の外周近傍に、炭化珪素をエッチングする効果のあるエッチングガスを導入する第1エッチングガス導入手段と、上記基板結晶上において成長した炭化珪素単結晶である成長結晶の端面の外周近傍に、炭化珪素をエッチングする効果のあるエッチングガスを導入する第2エッチングガス導入手段とを有することを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項6】 請求項5において、上記第1エッチングガス導入手段は、上記台座の外周面から外方に向かって開口する第1ガス噴出口を有することを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項7】 請求項5又は6において、上記第2エッチングガス導入手段は、上記反応容器の上記周壁の内周面から内方に向かって開口する第2ガス噴出口を有していることを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【技術分野】本発明は、CVD法（化学気相法）を利用して、高歩留まり、高効率で炭化珪素単結晶を成長させることができる炭化珪素単結晶の製造方法及び製造装置に関する。

【0002】

【従来技術】炭化珪素は、高耐圧、高電子移動度という特徴を有するため、パワーデバイス用半導体として期待されている。その基板となる炭化珪素単結晶を製造する方法としては、一般に、昇華法（改良レーリー法）と呼ばれる方法と、CVD法がある。上記改良レーリー法では、黒鉛製のつば内に炭化珪素原料を挿入すると共にこの原料部と対向するように種結晶（基板結晶）を黒鉛製のつばの内壁に装着する。そして、原料部を2200～2400℃に加熱して昇華ガスを発生させ、原料部より数十～数百℃低温にした種結晶上において再結晶させることで炭化珪素単結晶を成長させる。

【0003】この改良レーリー法では、炭化珪素単結晶の成長に伴って炭化珪素原料が減少するため、成長させることができる量に限界がある。そして、たとえ、成長途中に原料を追加する手段をとったとしても、SiCが昇華する際にSi/C比が1を超える比で昇華するため、成長中に原料を追加するにつば内の昇華ガスの濃度や昇華速度が揺らぎ、結晶を連続的に高品質に成長させることの障害となってしまう。

【0004】一方、上記CVDによって炭化珪素をエピタキシャル成長させるものとしては、例えば特表平11-508531号公報に開示された方法がある。この方法は、円筒状の反応管（サセプタ）内に種結晶を配置し、SiやCを含有する原料ガスを供給して上記種結晶上において炭化珪素単結晶を成長させる方法である。この方法によれば、上記反応ガスの供給を連続的に行うことができるので、改良レーリー法に比べて、炭化珪素単結晶を長時間成長させ続けることができる。

【0005】

【解決しようとする課題】しかしながら、上記従来のCVD法では、結晶成長する箇所が、上記種結晶上に限らず、上記反応管の内周面上、あるいは上記原料ガスを排出する排出口近傍等の不要な箇所においても炭化珪素結晶が堆積し成長する。そのため、この不要な箇所での炭化珪素結晶の成長によって、原料ガスの供給が続けられず、種結晶上における炭化珪素単結晶の成長も途中で止めざるを得なくなってしまう。

【0006】この対策として、例えばWO 98/14644号公報に示されているように、反応容器の円周に沿って、反応には関与しないガス（He）を導入することによって排気口の目詰まりを防止する方法がある。しかしながら、この方法では、種結晶上で成長する炭化珪素単結晶（成長結晶）自身がエッチングされることが避

けられない。そのため、成長結晶の歩留まりが低下し、生産性が低下する。

【0007】本発明はかかる従来の問題点に鑑みてなされたもので、成長結晶の成長端における成長を確保した上で、成長結晶の成長端面以外の不要な箇所での炭化珪素単結晶の堆積を抑制することができ、成長結晶の長時間にわたる成長が可能な炭化珪素単結晶の製造方法及び製造装置を提供しようとするものである。

【0008】

【課題の解決手段】第1の発明は、筒状の周壁を有する反応容器内に、炭化珪素単結晶よりなる基板結晶を支持する台座を配置し、該台座に支持された上記基板結晶に向けて珪素を含有する珪素含有ガスと炭素を含有する炭素含有ガスを供給して上記基板結晶上において炭化珪素単結晶を成長させると共に、上記台座と上記周壁の間を通過して余剰の上記珪素含有ガス及び上記炭素含有ガスを排出する炭化珪素単結晶の製造方法において、上記基板結晶と上記台座との境界面の外周近傍と、上記基板結晶上において成長した炭化珪素単結晶である成長結晶の成長端面の外周近傍に、炭化珪素をエッチングする効果のあるエッチングガスを導入することを特徴とする炭化珪素単結晶の製造方法にある（請求項1）。

【0009】本発明においては、上記のごとく、上記基板結晶と上記台座との境界面の外周近傍と、上記基板結晶上において成長した炭化珪素単結晶である成長結晶の成長端面の外周近傍という少なくとも2箇所に、上記エッチングガスを導入する。これにより、上記成長結晶をほとんどエッチングすることなく、上記台座や周壁及び排気系統への炭化珪素単結晶の堆積を抑制することができる。

【0010】すなわち、上記成長結晶の成長端面に到達した上記珪素含有ガス及び炭素含有ガスは、基板結晶あるいはその上に既に形成された成長結晶の成長端面上において炭化珪素単結晶を成長させる。そして、この結晶の成長に寄与できなかった余剰のガスは、上記成長結晶と上記周壁の間を通過して排気されていく。このとき、本発明では、上記2箇所からのエッチングガスの導入により、上記余剰のガスの反応性を2段階で変化させることができる。

【0011】まず、上記基板結晶上において成長した炭化珪素単結晶である成長結晶の成長端面の外周近傍に、上記エッチングガスを導入する。これにより、未だ反応性を有する余剰の珪素含有ガス及び炭素含有ガスの混合ガスの状態が、珪素と炭素が過飽和で反応性の高い状態から、過飽和度がゼロの状態に近づくように、上記エッチングガスが作用する。これにより、上記余剰のガスとエッチングガスの混合ガスは、新たな結晶成長を抑制し、かつ、既に得られている成長結晶をエッチングしてしまうことを抑制する状態に変化する。

【0012】次に、上記混合ガスは、成長結晶の側面を

通過した後、上記基板結晶と上記台座との境界面の外周近傍において、さらに導入されたエッチングガスと混ざる。これにより、既に過飽和状態がゼロに近づいていた上記混合ガスは、さらに導入されたエッチングガスによって十分に未飽和の状態に変化し、また、上記エッチングガスによって炭化珪素結晶をエッチングする能力を有するものとなる。そのため、この段階における上記混合ガスは、新たな炭化珪素結晶の成長を確実に抑制し、かつ、新たに炭化珪素結晶が成長堆積しようとしても、上記エッチングガスのエッチング力によってその堆積を妨げる性質を有するものとなる。

【0013】このように、本発明においては、上記2段階のエッチングガスの導入を行うことによって、珪素含有ガスと炭素含有ガスの上記過飽和度の解消と、未飽和化とを段階的に行うことができる。これにより、上記成長結晶のエッチングを防止しつつ、排気系統への炭化珪素単結晶の堆積を防止することができる。それ故、成長結晶の長時間にわたる成長を可能にすることができる。また、必要に応じて、多段階のエッチングガス導入を行うことによって、さらに制御性の優れた結晶成長が可能となる。

【0014】第2の発明は、筒状の周壁を有する反応容器と、該反応容器内に配置された、炭化珪素単結晶よりなる基板結晶を支持する台座と、該台座に支持された上記基板結晶に向けて珪素を含有する珪素含有ガスと炭素を含有する炭素含有ガスを供給する反応ガス供給手段と、上記台座と上記周壁の間を通過して余剰の上記珪素含有ガス及び上記炭素含有ガスを排出する排気通路とを有する炭化珪素単結晶の製造装置において、上記基板結晶と上記台座との境界面の外周近傍に、炭化珪素をエッチングする効果のあるエッチングガスを導入する第1エッチングガス導入手段と、上記基板結晶上において成長した炭化珪素単結晶である成長結晶の端面の外周近傍に、炭化珪素をエッチングする効果のあるエッチングガスを導入する第2エッチングガス導入手段とを有することを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置にある（請求項5）。

【0015】本発明の製造装置においては、上記第1及び第2エッチングガス導入手段を有している。そのため、上記エッチングガスの導入を、2段階で行うことができる。それ故、上記のごとく優れた製造方法を実行することができ、炭化珪素単結晶の成長結晶の長時間にわたる成長を可能にすることができる。

【0016】

【発明の実施の形態】上記第1の発明（請求項1）において、上記基板結晶と上記台座との境界面の外周近傍においては、上記台座の内部から外部へ向けて上記エッチングガスを吐出することにより導入することが好ましい（請求項2）。この場合には、上記台座が移動する場合でも常にエッチングガスの導入位置を一定にすることが

でき、安定したエッチング効果が得られる。

【0017】また、上記成長結晶の端面の外周近傍においては、上記周壁から内方へ向けて上記エッチングガスを吐出することにより導入することが好ましい（請求項3）。この場合には、上記成長結晶の端面の外周へのエッチングガスの供給を成長端の位置に応じて容易に調整することができる。

【0018】また、上記エッチングガスは、水素、ハロゲンガス、ハロゲン化水素のうち1種もしくは複数のガスを含有する混合ガスであることが好ましい（請求項4）。これらのガスを用いれば、上記珪素含有ガス及び炭素含有ガスにおける珪素と炭素の過飽和度の調整を容易に行うことができると共に、炭化珪素単結晶のエッチング効果を容易に得ることができる。

【0019】上記第2の発明（請求項5）においては、上記第1エッチングガス導入手段は、上記台座の外周面から外方に向かって開口する第1ガス噴出口を有することが好ましい（請求項6）。これにより、エッチングガスの導入経路を上記台座の内部に設けることができ、エッチングガスの導入位置を一定にするための設備構造を簡単にすることができる。

【0020】また、上記第2エッチングガス導入手段は、上記反応容器の上記周壁の内周面から内方に向かって開口する第2ガス噴出口を有していることが好ましい（請求項7）。この場合には、エッチングガスの導入経路を上記周壁の外方に設けることができ、エッチングガスの導入位置を一定にするための設備構造を簡単にすることができる。

【0021】

【実施例】（実施例1）本発明の炭化珪素単結晶の製造方法及び製造装置に係る実施例につき、図1を用いて説明する。本例の炭化珪素単結晶の製造装置1は、図1に示すごとく、円筒状の周壁20を有する反応容器2と、該反応容器2内に配置された、炭化珪素単結晶よりなる基板結晶7を支持する台座3と、該台座3に支持された上記基板結晶7に向けて珪素を含有する珪素含有ガス81と炭素を含有する炭素含有ガス82を供給する反応ガス供給手段と、上記台座3と上記周壁20の間を通過して余剰の上記珪素含有ガス及び上記炭素含有ガスを排出する排気通路23とを有する。

【0022】上記基板結晶7と上記台座3との境界面37の外周近傍に、炭化珪素をエッチングする効果のあるエッチングガス9を導入する第1エッチングガス導入手段41と、基板結晶7上において成長した炭化珪素単結晶である成長結晶75の端面750の外周近傍に、炭化珪素をエッチングする効果のあるエッチングガス9を導入する第2エッチングガス導入手段42とを有する。

【0023】本例の第1エッチングガス導入手段41は、台座3の外周面30から外方に向かって開口する第1ガス噴出口410を有する。そして、この第1ガス噴

出口410に通じるように、台座3の内部にはエッチングガス導入管415を設け、これに図示しないエッチングガス供給源を接続してある。また、上記台座3は、成長結晶75の成長に応じて上昇するように構成されている。そして上記第1ガス噴出口410は、もちろん、台座3の上昇と共に上昇する。

【0024】また、本例の第2エッチングガス導入手段42は、反応容器2の上記周壁20の内周面から内方に向かって開口する第2ガス噴出口420を有している。この第2ガス噴出口420は、成長結晶75の成長端面750の外周に向いて開口している。上記第2ガス噴出口420に通じるエッチングガス導入管425は、図示しないエッチングガス供給源を接続されている。

【0025】また、本例の製造装置1は、上記反応容器2の周囲を石英管15により覆い、さらにその外方における上記反応容器2に対応する部分には、加熱用の高周波コイル18を設置してある。そして、上記石英管15の下端には上記珪素含有ガス81及び炭素含有ガス82を供給する供給管を備えた下蓋（図示略）が設けられ、石英管15の上端には、各種ガスを排気するための排気口を備えた上蓋（図示略）が設けられている。

【0026】また、本例では、上記基板結晶7として、4H-SiC単結晶基板を用い、上記台座3の下端に配設した。また、上記珪素含有ガス81としてはSiH₄ガスを、上記炭素含有ガス82としてはC₃H₈を用いた。そしてこれらのガス81、82を図1に示すごとくは反応容器2下方から導入し、基板結晶7上でSiCを成長させる。

【0027】成長に使われなかったガス及び原料ガスが分解して生成したH₂ガスは、成長結晶75の側面を通過して排気口へと向かう。ここで、本例の製造装置1は、上記第1エッチングガス導入手段41及び第2エッチング手段42を有している。これらを利用して、基板結晶7と台座3との境界面37の外周近傍へは、上記第1エッチングガス導入手段41からエッチングガス9を導入する。また、基板結晶7上において成長した炭化珪素単結晶である成長結晶75の成長端面750の外周近傍には、上記第2エッチングガス導入手段42からエッチングガス9を導入する。

【0028】これにより、エッチングガス9は、成長端面レベルでは外周方向から、基板結晶と台座との界面レベルでは台座から導入されるので、結晶成長とともに台座3を移動させても相対的な導入位置が変化せず、定常的なエッチングガス導入が行える。なお、エッチングガスの導入方向は中心軸方向（径方向）でも、接線方向（スワール方向）でも良い。

【0029】本例の成長条件は、基板温度2000～2500℃、SiH₄流量＝50～800sccm、C₃H₈流量＝10～300sccm、SiH₄、C₃H₈のキャリアガスとしてのAr＝1～10SLM、圧力＝100

～400 Torrであり、成長速度は0.5～3mm/hである。また、上記エッチングガス9としては、H₂を用い、上記第2エッチングガス導入手段42においては5～10SLM、第1エッチングガス導入手段41においては10～30SLM導入した。

【0030】本例では、30時間の成長を実施した結果、成長結晶75の側壁における大きなエッチングは見られず、また、排気口においても結晶の堆積は見られなかったため、長時間にわたる結晶成長が可能であることが確認できた。この結果から、上記2つのエッチングガス導入手段41、42を用いて2段階のエッチングガス導入を行うことが、非常に有効であることがわかる。そして、この2段階のエッチングガス導入による作用効果は次のように考えられる。

【0031】すなわち、基板結晶7上において成長した炭化珪素単結晶である成長結晶75の成長端面750の外周近傍に、エッチングガス9を導入することにより、未だ反応性を有する余剰の珪素含有ガス81及び炭素含有ガス82の混合ガスの状態が、珪素と炭素の過飽和度が高く、結晶成長の進む状態から、過飽和度がゼロの状態に近づく。これにより、上記余剰のガスとエッチングガスの混合ガスは、新たな結晶成長を抑制し、かつ、既に得られている成長結晶をエッチングしてしまうことをも抑制する状態に変化する。

【0032】次に、上記混合ガスは、成長結晶75の側面を通過した後、上記基板結晶7と台座3との境界面37の外周近傍において、さらに導入されたエッチングガス9と混ざる。これにより、既に過飽和状態がゼロに近づいていた上記混合ガスは、さらに導入されたエッチングガス9によって十分に未飽和の状態に変化し、また、上記エッチングガス9によって炭化珪素結晶をエッチングする能力をも有するものとなる。そのため、この段階における上記混合ガスは、新たな炭化珪素結晶の成長を確実に抑制し、かつ、新たに炭化珪素結晶が堆積しようとしても、上記エッチングガスのエッチング力によってその堆積を確実に妨げる。

【0033】このように、本例においては、上記2段階

のエッチングガス9の導入を行うことによって、珪素含有ガス81と炭素含有ガス82の上記過飽和の解消と、未飽和化とを段階的に行うことができる。これにより、上記成長結晶75のエッチングを防止しつつ、排気系統への炭化珪素結晶の堆積を防止することができたのだと考えられる。

【0034】（実施例2）本例では、実施例1と同様な構成の製造装置を用い、エッチングガス9としてHClを用いた点だけを変更した。この場合もエッチングガスとしてH₂を用いた場合と同様に成長結晶75の側壁における大きなエッチングは見られず、また、排気口においても結晶の堆積は見られなかった。そのため、多段にエッチングガス9を導入することにより、長時間の成長が可能であることが確認できた。

【0035】（比較例）本比較例では、実施例1における、第1エッチングガス導入手段41によるエッチングガス9の導入を中止し、第2エッチングガス導入手段42からのみエッチングガス9を導入し、その他は実施例1と同様にして成長実験を行った。その結果、本比較例においては、成長時間の進行とともに台座側壁部にSiCが堆積し、排気口が閉塞を始めた。

【図面の簡単な説明】

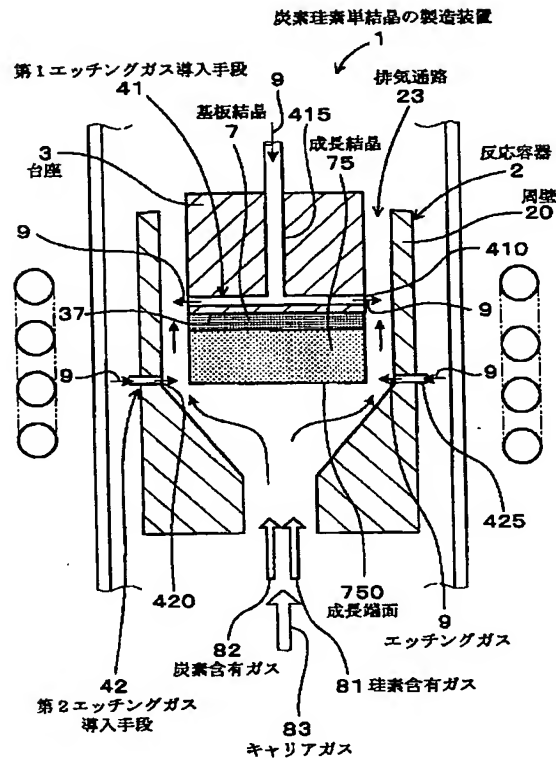
【図1】実施例1における、炭化珪素単結晶の製造装置の構成を示す説明図。

【符号の説明】

- 1... 炭化珪素単結晶の製造装置、
- 15... 石英管、
- 2... 反応容器、
- 20... 周壁、
- 3... 台座、
- 41... 第1エッチングガス導入手段、
- 42... 第2エッチングガス導入手段、
- 7... 基板結晶（種結晶）、
- 81... 珪素含有ガス、
- 82... 炭素含有ガス、
- 83... キャリアガス、
- 9... エッチングガス、

【図1】

(図1)



フロントページの続き

(72)発明者 中村 大輔
愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道41番
地の1 株式会社豊田中央研究所内
(72)発明者 恩田 正一
愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地 株式会
社デンソー内

(72)発明者 松井 正樹
愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地 株式会
社デンソー内
Fターム(参考) 4G077 AA02 AA03 BE08 DB07 EG21
HA06 TB02 TB13
5F045 AA03 AB06 AC01 AC16 AD18
AE25 AF02 DP05 DQ04 EC02
EE12 EE13 EF02 EF04 EF08
EF20 EK02 EM10